

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-124296

(P2003-124296A)

(43) 公開日 平成15年4月25日 (2003.4.25)

(51) Int.Cl. ¹	識別記号	FI	テームコード (参考)
H 0 1 L 21/68		H 0 1 L 21/68	N 4 G 0 2 6
C 0 4 B 37/00		C 0 4 B 37/00	A 4 K 0 2 9
	37/02		B 4 K 0 3 0
		37/02	B 5 F 0 0 4
C 2 3 C 14/50		C 2 3 C 14/50	Z 5 F 0 3 1

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全11頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-319694(P2001-319694)

(22) 出願日 平成13年10月17日 (2001.10.17)

(71) 出願人 000183266

住友大阪セメント株式会社

東京都千代田区六番町6番地28

(72) 発明者 遠藤 和則

東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪

セメント株式会社内

(74) 代理人 100064908

弁理士 志賀 正武 (外6名)

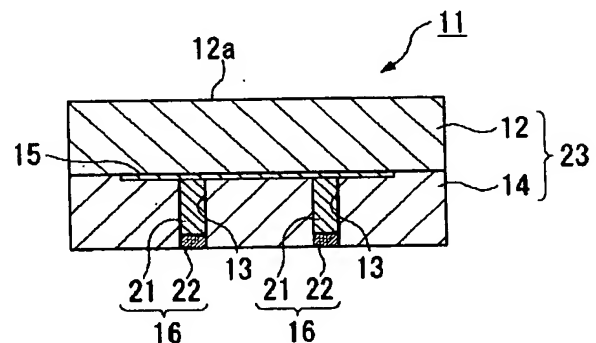
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 サセプタ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れたサセプタ及びこのサセプタを歩留まりよく廉価に得ることができるサセプタの製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明のサセプタは、窒化アルミニウム-炭化珪素焼結体からなる載置板12及び支持板14と、載置板12と支持板14との間に形成され耐酸化性の金属あるいは窒化アルミニウム-タンダステン複合焼結体からなる内部電極15と、支持板14の固定孔13、13に設けられて内部電極15に接合された給電用端子16、16とにより構成され、給電用端子16は、窒化アルミニウム-タンダステン複合焼結体からなる上部給電用端子21と、炭化珪素焼結体からなる下部給電用端子22の2層構造であることを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 一主面が板状試料を載置する載置面とされ窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタ基体と、このサセプタ基体に内蔵された内部電極と、前記サセプタ基体内に設けられて前記内部電極に接合された給電用端子とを備えたサセプタであって、前記給電用端子は、前記内部電極に接合され導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる第1の給電用端子と、該第1の給電用端子に接合されて一部が前記サセプタ基体から露出する導電性の炭化珪素焼結体からなる第2の給電用端子とを備えてなることを特徴とするサセプタ。

【請求項2】 前記サセプタ基体は、一主面が板状試料を載置する載置面とされ窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板と、該載置板に接合され一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板とを備えていることを特徴とする請求項1記載のサセプタ。

【請求項3】 前記内部電極は、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体または耐熱・耐酸化性の金属からなることを特徴とする請求項1または2記載のサセプタ。

【請求項4】 前記窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体は、58～80重量%のタングステンを含有することを特徴とする請求項1、2または3記載のサセプタ。

【請求項5】 前記第1の給電用端子及び第2の給電用端子は、直径が2mm～10mmの柱状体であることを特徴とする請求項1ないし4のいずれか1項記載のサセプタ。

【請求項6】 前記第2の給電用端子の厚みは0.1mm～2.5mmであることを特徴とする請求項1ないし5のいずれか1項記載のサセプタ。

【請求項7】 前記第2の給電用端子の端面に、Siを含む接合剤層を介して導電性の炭化珪素焼結体からなる取り出し電極が接合されていることを特徴とする請求項1ないし6のいずれか1項記載のサセプタ。

【請求項8】 板状試料が載置される載置板及び該載置板を支持する支持板を窒化アルミニウム基焼結体を用いて作製し、

次いで、該支持板に貫通孔を形成し、この貫通孔に導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる第1の給電用端子と、導電性の炭化珪素焼結体からなる第2の給電用端子を挿入して固定し、

次いで、前記支持板の前記第1の給電用端子側の主面に、該第1の給電用端子に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、

次いで、前記支持板に該塗布材を介して前記載置板を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、この支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化すること

を特徴とするサセプタの製造方法。

【請求項9】 窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーにより、板状試料を載置するための載置板用グリーン体及び該載置板を支持するための支持板用グリーン体を作製し、

次いで、前記支持板用グリーン体に貫通孔を形成し、この貫通孔に、第1の給電用端子となる窒化アルミニウム-タングステン複合材、及び第2の給電用端子となる炭化珪素材を層状に充填し、前記支持板用グリーン体の前記窒化アルミニウム-タングステン複合材側の主面に、この複合材に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、

次いで、前記支持板用グリーン体に該塗布材を介して前記載置板用グリーン体を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とするサセプタの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、サセプタ及びその製造方法に関し、特に、高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れるサセプタ、及び該サセプタを歩留まりよく廉価に製造することが可能なサセプタの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、IC、LSI、VLSI等の半導体装置の製造工程をはじめ、液晶ディスプレイ(LCD)やプラズマディスプレイ(PDP)等の表示装置の製造工程、ハイブリッドIC等の組み立て工程等においては、エッチング工程、成膜工程等をウェハ毎、あるいは基板毎に均一に行うため、半導体ウェハ、液晶用ガラス基板、プリント基板等の板状試料を、1枚ずつ処理する枚葉化がすすんでいる。この枚葉化プロセスにおいては、板状試料を1枚ずつ処理室内に保持するために、この板状試料をサセプタと称される試料台(台座)に載置し、所定の処理を施している。

【0003】このサセプタは、プラズマ中での使用に耐え、かつ高温での使用に耐え得る必要があることから、耐プラズマ性に優れ、熱伝導率が大いことが要求される。このようなサセプタとしては、耐プラズマ性、熱伝導性に優れた窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタが使用されている。このようなサセプタには、その内部に電荷を発生させて静電吸着力で板状試料を固定するための静電チャック用電極、通電発熱させて板状試料を加熱するためのヒータ電極、高周波電力を通電してプラズマを発生させてプラズマ処理するためのプラズマ発生用電極等の内部電極を配設したものがある。

【0004】図5は、このような内部電極が内蔵されたサセプタの一例を示す断面図であり、このサセプタ1

10

20

30

40

50

は、上面が板状試料を載置する載置面 2 a とされ窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板 2 と、この載置板 2 と一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板 3 と、これら載置板 2 と支持板 3 との間に設けられた内部電極 4 と、この内部電極 4 に接するように前記支持板 3 の固定孔 5 内に設けられた給電用端子 6、6 とにより構成されている。この給電用端子 6 は、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体により構成されている。

【0005】このような構成を有するサセプタ 1 を製造するには、まず、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板 3 にその厚み方向に貫通する固定孔 5、5 を形成し、この固定孔 5、5 に導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる給電用端子 6、6 を固定する。次いで、この支持板 3 上に、給電用端子 6、6 に接するように導電性粉末を含有する塗布材 7 を塗布して、乾燥させ、次いで、この塗布材 7 の塗布面を介して支持板 3 と窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板 2 とを重ね合わせ、加圧下にて熱処理することによりこれらを一体化すると共に、支持板 3 と載置板 2 との間に前記塗布材 7 が焼結された導電性焼結体の内部電極 4 を形成する。このサセプタ 1 は、給電用端子 6 が内部電極 4 と確実かつ強固に接合されているために、通電確実性が極めて高いものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上述したサセプタ 1 にあっては、給電用端子 6 は、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体により構成されているために、耐酸化性が十分でなく、したがって、高温酸化性雰囲気下における昇温、降温の熱サイクル負荷に対して耐性がないという問題点があった。そこで、給電用端子 6 の周辺を冷却することが考えられているが、この給電用端子 6 の周辺を冷却すると、板状試料を所定温度に加熱する際の昇温速度が低下すると共に、板状試料の均熱性が低下するという新たな問題点が生じることになる。

【0007】本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れたサセプタ、及び該サセプタを歩留まりよく廉価に得ることができるサセプタの製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、鋭意検討した結果、導電性材料により特定構造の給電用端子を形成することにより、上記課題を効率よく解決し得ることを知見し、本発明を完成するに至った。

【0009】すなわち、本発明のサセプタは、一主面が板状試料を載置する載置面とされ窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタ基体と、このサセプタ基体に内蔵された内部電極と、前記サセプタ基体内に設けられて前

記内部電極に接合された給電用端子とを備えたサセプタであり、前記給電用端子は、前記内部電極に接合され導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる第 1 の給電用端子と、該第 1 の給電用端子に接合されて一部が前記サセプタ基体から露出する導電性の炭化珪素焼結体からなる第 2 の給電用端子とを備えてなることを特徴とする。

【0010】このサセプタにおいては、前記給電用端子を、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる第 1 の給電用端子と、導電性の炭化珪素焼結体からなる第 2 の給電用端子とからなる 2 層構造とし、しかも、第 1 の給電用端子をサセプタ基体内に設けているため、この第 1 の給電用端子が外部空間に露出するおそれがない。これにより、給電用端子は前記内部電極と確実、強固に接合されて通電確実性が極めて高いものとなり、高温酸化性雰囲気下での耐久性が優れたものとなる。

【0011】したがって、前記給電用端子の周辺を冷却する必要がなく、載置された板状試料を所定の温度に加熱する際の昇温速度が低下するおそれもなく、板状試料の均熱性が低下するおそれもない。なお、本発明では、窒化アルミニウム基焼結体とは、窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウムを 50 重量%以上含む複合焼結体を指すものとする。

【0012】前記サセプタ基体は、一主面が板状試料を載置する載置面とされ窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板と、該載置板に接合され一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板とを備えた構成が好ましい。このような構成とすることにより、内部電極をサセプタ基体内の所望の位置に容易に配設することが可能になる。また、2 層構造の給電用端子と前記内部電極とを確実、強固に接続することが可能であるから、通電確実性をさらに改善することが可能になる。

【0013】前記内部電極は、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体または耐熱・耐酸化性の金属であることが好ましい。前記窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体は、58～80 重量%のタングステンを含有するものであることが好ましい。

【0014】前記窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体の組成を上記のように制御することにより、製造時における各部材間の熱膨張率の違い等に起因する熱応力が緩和される。また、2 層構造の給電用端子においては、その第 1 の給電用端子が前記内部電極と確実、強固に接合され、通電確実性がより一層改善されることとなる。

【0015】前記第 1 の給電用端子及び第 2 の給電用端子は、直径が 2 mm～10 mm の柱状体であることが好ましい。これら第 1 の給電用端子及び第 2 の給電用端子の形状を上記の範囲内とすることにより、給電用端子として十分な低抵抗値を有したものとなり、各部材間の熱

膨張率の違いに起因する熱応力によって、製造時にサセプタが破損するというおそれもなくなる。したがって、前記支持板内に該第1の給電用端子をより一層気密に配設することが可能になり、高温の酸化性雰囲気下における耐久性が向上する。

【0016】前記第2の給電用端子の厚みは、0.1mm～2.5mmであることが好ましい。前記第2の給電用端子の厚みを上記の範囲内とすることにより、製造時に各部材間の熱膨張率の違いに起因する熱応力が生じた場合においても、サセプタが破損するおそれがない。

【0017】前記第2の給電用端子の端面に、Siを含む接合剤層を介して導電性の炭化珪素焼結体からなる取り出し電極を接合した構成とすることが好ましい。このように、第2の給電用端子と取り出し電極とをSiを含む接合剤層を介して接合すれば、接合部分の耐酸化性、耐腐食性が大幅に改善され、高温酸化性雰囲気下における耐久性が改善される。また、この接合部分には、加熱処理される板状試料に対して汚染源となる成分が含まれていないので、加熱処理の際に板状試料にダメージを与えるおそれがない。

【0018】また、本発明のサセプタの製造方法は、板状試料が載置される載置板及び該載置板を支持する支持板を窒化アルミニウム基焼結体を用いて作製し、次いで、該支持板に貫通孔を形成し、この貫通孔に導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる第1の給電用端子と、導電性の炭化珪素焼結体からなる第2の給電用端子を挿入して固定し、次いで、前記支持板の前記第1の給電用端子側の主面に、該第1の給電用端子に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、次いで、前記支持板に該塗布材を介して前記載置板を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、この支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする。

【0019】このサセプタの製造方法によれば、第1の給電用端子をサセプタ基体に内蔵された内部電極に確実に電気的に接続することが可能である。また、この第1の給電用端子に電気的に接続される第2の給電用端子は、炭化珪素焼結体により構成されているので、高温における耐酸化性が優れたものとなる。これにより、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れたサセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【0020】また、本発明の他のサセプタの製造方法は、窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーにより、板状試料を載置するための載置板用グリーン体及び該載置板を支持するための支持板用グリーン体を作製し、次いで、前記支持板用グリーン体に貫通孔を形成し、この貫通孔に、第1の給電用端子となる窒化アルミニウム-タングステン複合材、及び第2の給電用端子となる炭化珪

素材を層状に充填し、前記支持板用グリーン体の前記窒化アルミニウム-タングステン複合材側の主面に、この複合材に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、次いで、前記支持板用グリーン体に該塗布材を介して前記載置板用グリーン体を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする。

【0021】このサセプタの製造方法によれば、載置板用グリーン体、支持板用グリーン体、内部電極形成用塗布材、窒化アルミニウム-タングステン複合材及び炭化珪素材を加圧下にて一括して熱処理するので、内部電極と、第1の給電用端子と、第2の給電用端子とを確実に電気的に接続することが可能である。また、第2の給電用端子は、炭化珪素焼結体により構成されているので、高温における耐酸化性が優れたものとなる。これにより、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れたサセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【0022】

【発明の実施の形態】本発明のサセプタ及びその製造方法の各実施の形態について説明する。なお、本実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるために具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、本発明を限定するものではない。

【0023】〔第1の実施形態〕図1は、本発明の第1の実施形態のサセプタを示す断面図であり、このサセプタ11は、上面（一主面）が板状試料を載置する載置面12aとされた載置板12と、この載置板12と一体化されかつ厚み方向に貫通する固定孔（貫通孔）13、13が形成された支持板14と、この載置板12と支持板14との間に形成された内部電極15と、前記支持板14の固定孔13、13に設けられて前記内部電極15に接合される給電用端子16、16とにより構成されている。

【0024】給電用端子16は、上部給電用端子（第1の給電用端子）21と、下部給電用端子（第2の給電用端子）22とからなる2層構造のものである。そして、これら載置板12及び支持板14は、上記の内部電極15を挟持して接合一体化されることによりサセプタ基体23を構成している。

【0025】載置板12および支持板14は、その重ね合わせ面の形状を同じくし、ともに窒化アルミニウム（AlN）基焼結体からなるものである。この窒化アルミニウム基焼結体としては、特に限定されるものではないが、例えば、窒化アルミニウムを少なくとも50重量%含むものが好適である。この窒化アルミニウム基焼結体の具体例としては、焼結性や耐プラズマ性を向上させるためにイットリア（Y₂O₃）、カルシア（CaO）、

マグネシア (MgO)、炭化珪素 (SiC)、チタニア (TiO₂) から選択された 1 種または 2 種以上を合計で 0.1~10.0 重量%含有する窒化アルミニウム焼結体、炭化珪素を 50 重量%未満含有する窒化アルミニウム-炭化珪素複合焼結体等がある。

【0026】内部電極 15 は、電荷を発生させて静電吸着力で板状試料を固定するための静電チャック用電極、通電発熱させて板状試料を加熱するためのヒータ電極、高周波電力を通電してプラズマを発生させてプラズマ処理するためのプラズマ発生用電極等として用いられるもので、その用途によって、その形状や大きさが適宜変更可能とされている。

【0027】この内部電極 15 の材質は、特に制限されるものではないが、例えば、モリブデン (Mo)、タングステン (W)、白金 (Pt) 等の耐熱・耐酸化性の金属、あるいは導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体等が好適に用いられる。なかでも、窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体为好適である。

【0028】この窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体としては、タングステンの含有量を 58~80 重量%とし、残部を窒化アルミニウムとした複合焼結体望ましい。ここで、タングステンの含有量を 58~80 重量%としたのは、58 重量%未満では、内部電極 15 の抵抗値が高くなり、内部電極 15 として機能しなくなるからであり、また、含有量が 80 重量%を超えると、内部電極 15 の熱膨張率が、載置板 12 及び支持板 14 を構成する窒化アルミニウム基焼結体と大きく異なることとなり、後工程の加圧熱処理により熱応力破壊するおそれが生じるからである。

【0029】給電用端子 16、16 は、内部電極 15 に外部から電流を供給するために設けられたもので、その数、形状、配置等は、内部電極 15 の態様、即ち、静電チャック用電極、ヒータ電極、プラズマ発生電極等のいずれのタイプの内部電極とするかにより決定される。この給電用端子 16、16 は、上記の内部電極 15 に接合され、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる上部給電用端子 21、21 と、これら上部給電用端子 21、21 それぞれに接合され、高温酸化性雰囲気下での耐久性に優れた導電性の炭化珪素焼結体からなる下部給電用端子 22、22 とにより構成されている。

【0030】上部給電用端子 21、21 は、下部給電用端子 22、22 により気密に被われるとともに、前記支持板 14 に内蔵されて外部空間に露出しないように構成されている。したがって、このサセプタ 11 は高温酸化性雰囲気下での耐久性に優れたものとなっている。

【0031】上部給電用端子 21 は、窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末を混合した混合粉末を加圧焼成して得られた導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体により構成されている。ここで、上記混合粉

末の各成分の含有率は、タングステン粉末の含有率を 58~80 重量%としたものが望ましい。窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体の組成をこのように制御することにより、サセプタ製造時における各部材間の熱膨張率の違い等に起因する熱応力が緩和される。これにより、給電用端子 16 が内部電極 15 と確実、強固に接続されることとなり、通電確実性がより一層改善される。

【0032】上部給電用端子 21 及び下部給電用端子 22 は、それぞれの直径が 2 mm~10 mm の柱状体であることが好ましい。その理由は、上部給電用端子 21 と下部給電用端子 22 の直径を 2 mm 以下とすると、給電用端子として十分な低抵抗値を有したものとならず、これら上部給電用端子 21 及び下部給電用端子 22 に通電した場合に、これらが発熱することとなり、好ましくないからである。また、上部給電用端子 21 と下部給電用端子 22 の直径が 10 mm を超えると、支持板 14 と上部給電用端子 21 との間、または支持板 14 と下部給電用端子 22 との間の熱膨張率の違いによって、製造時に下部給電用端子 22 または支持板 14 が破損し易くなるため、好ましくないからである。

【0033】下部給電用端子 22 の厚みは 0.1 mm~2.5 mm であることが好ましい。その理由は、下部給電用端子 22 の厚みが 0.1 mm 未満であると、支持板 14 と下部給電用端子 22 との間の熱膨張率の違いによって、製造時に下部給電用端子 22 が破損し易くなり、好ましくないからであり、一方、下部給電用端子 22 の厚みが 2.5 mm を越えると、支持板 14 と下部給電用端子 22 との間の熱膨張率の違いによって、製造時に支持板 14 が破損し易くなり、好ましくないからである。

【0034】次に、本実施形態のサセプタの製造方法について、図 2 及び図 3 に基づき説明する。まず、図 2

(a) に示すように、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板 14 に、上部給電用端子 21、21 と下部給電用端子 22、22 を組み込み保持するための固定孔 (貫通孔) 13、13 を形成する。この固定孔 13、13 の穿設方法は、特に制限されるものではないが、例えば、ダイヤモンドドリルによる孔あけ加工法、レーザ加工法、放電加工法、超音波加工法等を用いて穿設することができる。また、その加工精度は、通常の加工精度でよく、その場合の歩留まりは略 100% である。なお、固定孔 13、13 の穿設位置および数は、内部電極 15 の態様、すなわち形状、配置及び数により決定される。

【0035】次いで、上部給電用端子 21 と下部給電用端子 22 を、支持板 14 の固定孔 13 に密着固定し得る大きさ、形状となるように作製する。上部給電用端子 21 は、例えば、窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末とを混合し、この混合粉末を加圧焼結することにより作製することができる。この混合粉末の各々の成分の含有率は、例えば、タングステン粉末の含有率が 58~80 重量%、残部が窒化アルミニウム粉末となるようにし

たものが好ましい。

【0036】その理由は、タングステン粉末の含有率が58重量%未満では、給電用端子16の抵抗値が高くなり、給電用端子として機能しなくなるからであり、また、80重量%を超えると、給電用端子16の熱膨張率が、載置板12と支持板14を構成する窒化アルミニウム基焼結体と大きく異なり、後工程の加圧熱処理により熱応力破壊を引き起こすこととなるからである。この上部給電用端子21の加工精度は、後の加圧熱処理工程で熱変形して固定孔13に固定されるので、日本工業規格(JIS)の標準公差レベルでクリアランスをもっているのもよい。

【0037】また、下部給電用端子22は、例えば、特開平4-65361号公報に開示されている、概略下記の(1)、(2)のいずれかの方法により作製することができる。これら(1)、(2)のいずれかの方法で作製された炭化珪素焼結体は、体積固有抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の高導電性を有しているのが好適である。

【0038】(1)平均粒子径が $0.1\sim 10\mu\text{m}$ の第1の炭化珪素粉末と、平均粒子径が $0.1\mu\text{m}$ 以下の第2の炭化珪素粉末とを混合し、この混合粉末を成形した後、ホットプレス等を用いて加圧下にて加熱し、所定形状の炭化珪素焼結体とする。第2の炭化珪素粉末は、非酸化性雰囲気中のプラズマ中に、シラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から 0.1torr の範囲で制御しつつ気相反応させることにより合成することができる。

【0039】(2)非酸化性雰囲気中のプラズマ中に、シラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から 0.1torr の範囲で制御しつつ気相反応させることにより合成された平均粒子径が $0.1\mu\text{m}$ 以下の炭化珪素粉末を、ホットプレス等を用いて加圧下にて加熱し、所定形状の炭化珪素焼結体とする。この下部給電用端子22の加工精度は、後の加圧熱処理工程で熱変形して固定孔13に固定されるので、日本工業規格(JIS)の標準公差レベルでクリアランスをもっているのもよい。

【0040】次いで、図2(b)に示すように、この上部給電用端子21、21を、支持体14の固定孔13、13に嵌め込み、引き続き下部給電用端子22、22を、支持体14の固定孔13、13に嵌め込む。ここでは、上部給電用端子21と下部給電用端子22とを重ねて得られた柱状体全体の高さが固定孔13の深さと略一致するように、上部給電用端子21及び下部給電用端子22各々の厚みが設定されている。

【0041】次いで、上部給電用端子21、21側の支持板14の表面の所定領域に、上部給電用端子21、21に接触するように、導電性粉末、例えば、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合材料をエチルアルコ

ール等の有機溶媒に分散した内部電極形成用塗布剤を塗布し、乾燥して、内部電極形成層31とする。この内部電極形成用塗布剤の塗布方法としては、均一な厚さに塗布する必要があることから、スクリーン印刷法等を用いることが望ましい。

【0042】上記の窒化アルミニウム-タングステン複合材料は、窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末を、それぞれが所定の含有率となるように量り採り、これらを混合することで得られる混合粉末であり、タングステン粉末の含有率が58~80重量%となるように配合したものを用いることが好ましい。

【0043】ここで、タングステン粉末の含有率を上記のように限定した理由は、含有率が58重量%未満では、内部電極15の抵抗値が高くなり、内部電極15として機能しなくなるからであり、また、含有率が80重量%を超えると、内部電極15の熱膨張率が、載置板12及び支持板14を構成する窒化アルミニウム基焼結体と大きく異なるために、後工程の加圧下での熱処理により熱応力破壊が生じるおそれがあるからである。

【0044】次いで、この内部電極形成層31が形成された支持板14上に載置板12を重ね合わせた後、図2(c)に示すように、これらを加圧下にて熱処理することで、接合一体化する。このように、この方法においては、支持板14と載置板12との間に接合剤を介在させることなく、加圧下での熱処理のみで、載置板12と支持板14との接合・一体化を達成することができる。このときの熱処理条件としては、雰囲気は、真空、もしくはAr、He、N₂などの不活性雰囲気が好ましく、特に、窒化アルミニウムの分解を抑制するためにはN₂雰囲気が望ましい。加圧力は5~10MPaが望ましい。また、熱処理温度は1600~1850℃が望ましい。

【0045】なお、接合・一体化するに際し、絶縁性、耐腐食性、耐プラズマ性を向上させるために、図3(a)に示すように、支持板14上の内部電極形成層31以外の領域に、窒化アルミニウムを含む絶縁材層32を形成してもよい。この絶縁材層32は、例えば、窒化アルミニウム粉末をエチルアルコール等の有機溶媒に分散した塗布剤を、スクリーン印刷法等を用いて支持板14上の所定位置に塗布し、乾燥することにより、形成することができる。

【0046】この熱処理により、支持板14上に形成された内部電極形成層31は、導電性粉末、例えば、窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末との混合粉末が焼成されることで、窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる内部電極15となる。また、上部給電用端子21、21と、下部給電用端子22、22とは、加圧下での熱処理により熱変形し、支持板14の固定孔13、13に接合し固定されるので、これらの固定に接合剤を用いる必要はない。

【0047】さらに、支持板14上の内部電極形成層31以外の領域に、窒化アルミニウムを含む絶縁材層32を形成すれば、これらを熱処理することにより、図3

(b)に示すように、支持板14上には、窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる内部電極15の周囲に窒化アルミニウム焼結体からなる絶縁層33が形成されるので、絶縁性、耐腐食性、耐プラズマ性が向上する。

【0048】このサセプタの製造方法では、窒化アルミニウム基焼結体から作製された載置板12及び支持板14を用い、これらを加圧下で熱処理することにより、接合・一体化する方法について説明してきたが、加圧下の熱処理により、載置板12と支持板14を内部電極15を介して接合・一体化する方法であればよく、必ずしも上記の方法に限定されるものではない。

【0049】上記以外の方法の一例としては、窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーから焼成後に載置板及び支持板となる板状のグリーン体を作製し、これらのグリーン体を内部電極形成層を介して重ね合わせ、これらを焼成することで、焼結と同時に接合・一体化されたサセプタを得る方法がある。この方法にあつては、上部給電用端子及び下部給電用端子は、既に焼結されたものを使用してもよく、焼結後に上部給電用端子となるグリーン体と、下部給電用端子となるグリーン体を重ね合わせたものを使用してもよい。その他の製造条件は、既焼結体を用いる前者の製造方法に準ずる。

【0050】また、上記の窒化アルミニウム基粉末としては、窒化アルミニウムを少なくとも50重量%含むものであればよく、上記に限定されるものではない。上記以外の窒化アルミニウム基粉末としては、例えば、焼結性や耐プラズマ性を向上させるためにイットリア(Y_2O_3)、カルシア(CaO)、マグネシア(MgO)、炭化珪素(SiC)、チタニア(TiO_2)から選択された1種または2種以上を合計で0.1~10.0重量%含有する窒化アルミニウム粉末、炭化珪素を50重量%未満含有する窒化アルミニウム-炭化珪素複合粉末、等を例示することができる。

【0051】以上説明したように、本実施形態のサセプタによれば、給電用端子16、16を、上部給電用端子21、21と、高温酸化性雰囲気下での耐久性に優れた下部給電用端子22、22とを接合一体化した2層構造とし、さらに、上部給電用端子21、21を支持板14に内蔵した構成としたので、上部給電用端子21、21が外部空間に露出するのを防止することができ、給電用端子16、16を内部電極15と確実、強固に接合することができ、通電確実性を極めて高いものとすることができる。その結果、高温酸化性雰囲気下での耐久性を向上させることができる。

【0052】また、本実施形態のサセプタの製造方法によれば、支持板14に固定孔13、13を形成し、これ

ら固定孔13、13に上部給電用端子21、21と下部給電用端子22、22を取り付けた後、この支持板14と載置板12を内部電極形成層を介して重ね合わせ、これらを加圧下で熱処理するだけで、特別な後加工を施すことなく、しかも、歩留まりよく廉価にサセプタ11を作製することができる。

【0053】また、内部電極15と上部給電用端子21との接続、上部給電用端子21と下部給電用端子22との接続も、確実に行うことができる。さらに、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体として、タングステンを58~80重量%含有するものを用いれば、載置板12及び支持板14各々の熱膨張率やヤング率との差異を小さくすることができる。したがって、これらの違いによりサセプタ11に熱応力破壊が生じるおそれもない。以上により、内部電極15に確実に通電可能なサセプタ11を、歩留まりよく廉価に製造することができる。

【0054】[第2の実施形態]図4は、本発明の第2の実施形態のサセプタを示す断面図であり、このサセプタ41が第1の実施形態のサセプタ11と異なる点は、第1の実施形態のサセプタ11では、下部給電用端子22、22それぞれの端面が外部に対して露出した構成であるのに対し、本実施形態のサセプタ41では、内部電極15に通電するために、下部給電用端子22、22それぞれの端面に、導電性の炭化珪素焼結体からなる取り出し電極42、42をSiを含む接合剤層43、43を介して接合した点である。

【0055】下部給電用端子22、22それぞれの端面に、取り出し電極42、42をSiを含む接合剤層43、43を用いて接合すれば、接合部分の耐酸化性、耐腐食性が大幅に改善されることとなる。したがって、下部給電用端子22、22と取り出し電極42、42との接続部分をシールし、この部分にパージガスを流す等して保護する必要がなくなり、給電用端子16、16の周辺部に特別な保護手段を講じることなく、サセプタを高温酸化性雰囲気下でも使用することができる。また、接合部分には加熱処理される板状試料の汚染源となる成分が含まれていないので好適である。

【0056】

【実施例】以下、実施例を挙げ、本発明をさらに詳しく説明する。

(実施例1)

「上部給電用端子の作製」窒化アルミニウム粉末(平均粒径0.6 μm 、(株)トクヤマ製)28重量部と、タングステン粉末(平均粒径0.5 μm 、東京タングステン(株)製)72重量部と、イソプロピルアルコール100重量部とを混合し、更に遊星型ボールミルを用いて均一に分散させ、スラリーとした。次いで、吸引ろ過により、このスラリーからアルコール分を除去し、乾燥して、窒化アルミニウム-タングステン複合粉末を得た。

【0057】次いで、この窒化アルミニウム—タングステン複合粉末を成型、焼成し、直径2.5mm、長さ4.5mmの導電性の柱状窒化アルミニウム—タングステン複合焼結体を得、これを上部給電用端子21とした。焼成は、ホットプレスによる加圧焼成とし、その際の焼成条件は、焼成温度1750℃、圧力20MPaとした。焼成後の窒化アルミニウム—タングステン複合焼結体の相対密度は99%以上であった。

【0058】「下部給電用端子の作製」平均粒子径が0.1~10 μ mの第1の炭化珪素粉末（イビデン（株）製）95重量部と、平均粒子径が0.1 μ m以下の第2の炭化珪素粉末（住友大阪セメント（株）製）5重量部と、イソプロピルアルコール100重量部とを混合し、更に遊星型ボールミルを用いて均一に分散させ、スラリーとした。上記の第2の炭化珪素粉末は、非酸化性雰囲気中のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を0.1 Torr~1気圧の範囲で制御しつつ気相反応させることにより合成した。

【0059】次いで、吸引ろ過により、このスラリーからアルコール分を除去し、乾燥して、2種類の平均粒子径の炭化珪素粉末を混合した混合粉末を得た。次いで、この混合粉末を成型し、ホットプレスを用いて加圧焼成することにより、直径2.5mm、長さ0.5mmの導電性の炭化珪素焼結体を得、これを下部給電用端子22とした。上記の加圧焼成の際の焼成条件は、焼成温度2200℃、圧力20MPaとした。焼成後の導電性炭化珪素焼結体の相対密度は99%以上であった。

【0060】「支持板の作製」上記の窒化アルミニウム粉末97重量部と、イットリウム粉末（平均粒径1.4 μ m、日本イットリウム（株）製）3重量部と、イソプロピルアルコール100重量部とを混合し、更に遊星型ボールミルを用いて均一に分散させ、スラリーとした。このスラリーから、上述した「上部給電用端子の作製」に準じて窒化アルミニウム基粉末を得た。その後、この窒化アルミニウム基粉末を成型、焼成し、直径230mm、厚さ5mmの円板状の窒化アルミニウム基焼結体を得た。焼成条件は「上部給電用端子の作製」と同様とした。

【0061】次いで、この窒化アルミニウム基焼結体に、上部給電用端子21、21と下部給電用端子22、22を組み込み、固定するための固定孔13、13を、ダイヤモンドドリルによって孔あけ加工することにより穿設し、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板14を得た。

【0062】「載置板の作製」上記の「支持板の作製」に準じて、直径230mm、厚さ5mmの円板状の窒化アルミニウム基焼結体を得た。次いで、この円板状の窒化アルミニウム基焼結体の主面（板状試料の載置面）を平坦度が10 μ m以下となるように研磨し、窒化アル

ミニウム基焼結体からなる載置板12を得た。

【0063】「接合一体化」図3（a）に示すように、上記の支持板14に穿設された固定孔13、13に、上記により得られた上部給電用端子21、21を押し込み、引き続き下部給電用端子22、22を押し込み、固定した。次いで、これら上部給電用端子21、21及び下部給電用端子22、22が組み込まれ固定された支持板14上に、後の加圧下での熱処理工程で内部電極15となるよう、窒化アルミニウム粉末28重量%及びタングステン粉末72重量%を含む窒化アルミニウム—タングステン複合材料からなる塗布剤を、スクリーン印刷法にて印刷塗布し、乾燥して、内部電極形成層31とした。

【0064】さらに、支持板14上の内部電極形成層31以外の領域に、窒化アルミニウム基粉末70重量%、残部がエチルアルコールである塗布液を、スクリーン印刷法にて塗布し、乾燥して、絶縁材層32とした。次いで、図3（b）に示すように、この内部電極形成層31及び絶縁材層32を挟み込むように、また、載置板12の研磨面が上面となるように、支持板14と載置板12とを重ね合わせ、ホットプレスを用いて加圧下にて熱処理し、接合一体化して、実施例1のサセプタを作製した。このときの熱処理条件は、温度1800℃、圧力7.5MPaであった。

【0065】「取り出し電極の取付」下部給電用端子22、22の端面に、図4に示す直径が2.5mm、長さが20mmの柱状かつ導電性の炭化珪素焼結体からなる取り出し電極42、42をSiを含む接合剤層43を用いて接合した。この炭化珪素焼結体の製造方法は、下部給電用端子22、22の製造方法と同一である。

【0066】また、取り出し電極42、42の接合方法は次のとおりである。Si（珪素）粉末10.0gに、アクリル樹脂を溶解してなる α -テルピオネール10.0gを加え、混合して、接合剤とした。次いで、この接合剤を下部給電用端子22の端面に塗布し、治具を用いて、この接合剤を介して下部給電用端子22、22と取り出し電極42、42とを組み立て、その後、組み立てた状態で脱脂装置内に入れて、350℃にて20分間脱脂し、次いで、大気圧下で1500℃で30分間熱処理し、下部給電用端子22、22と取り出し電極42、42とをSiを含む接合剤層43を介して接合した。

【0067】（実施例2）公知の技術を用い、実施例1に準じて、焼結後にそれぞれ上部給電用端子、下部給電用端子、支持板、載置板となるグリーン体を作製した。また、上部給電用端子及び下部給電用端子それぞれのグリーン体は、支持板用グリーン体に穿孔された固定孔に組み込み固定した。次いで、実施例1に準じて、支持板用グリーン体上に、内部電極形成層31及び絶縁材層32を形成し、これら内部電極形成層31及び絶縁材層32を介して支持板用グリーン体と載置板用グリーン体と

を重ね合わせ、ホットプレスにより加圧焼成し、各グリーン体からそれに相当する焼結体を得ると同時に、接合し一体化し、実施例 2 のサセプタを得た。

【0068】「評価」実施例 1、2 のサセプタの接合断面を走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察したところ、載置板 12 と、支持板 14 と、上部給電用端子 21 と、下部給電用端子 22 とは、良好に接合されていることが確かめられた。また、接合された載置板 12、支持板 14、上部給電用端子 21、21、下部給電用端子 22、22 それぞれに亀裂等の発生は無く、内部電極 15 の剥離も認められなかった。また、下部給電用端子 22、22 と内部電極 15 との間の導通も良好であり、電気的に確実に接続されていることも確認された。

【0069】また、実施例 1、2 のサセプタに対して、内部電極 15 に、取り出し電極 42、下部給電用端子 22、上部給電用端子 21 を介して通電することで、大気雰囲気気下にて昇温速度 20℃/分で所定温度 (500℃、700℃の 2 種) まで昇温させ、次いで、この温度 (500℃または 700℃) に 10 時間保持した後、室温 (25℃) まで放冷するという熱サイクルを 500 回負荷したところ、いずれの温度においても、サセプタに亀裂等の発生は認められず、高温酸化性雰囲気気下での耐久性に優れたものであることが確認された。

【0070】(比較例) 実施例 1 に準じてサセプタを作製した。ただし、給電用端子 16、16 は、導電性の窒化アルミニウム—タングステン複合焼結体からなる 1 層構造のものとした。なお、窒化アルミニウム—タングステン複合焼結体の組成、焼成条件等は実施例 1 と全く同様とした。

【0071】このようにして作製されたサセプタの接合断面を SEM を用いて観察したところ、載置板 12 と、支持板 14 と、給電用端子 16、16 とは良好に接合されていた。また、接合された載置板 12、支持板 14、給電用端子 16、16 それぞれに亀裂等の発生は無く、内部電極 15 の剥離も認められなかった。また、下部給電用端子 22、22 と内部電極 15 との間の導通も良好であり、電気的に確実に接続されていることも確認された。しかしながら、このサセプタを、実施例 1、2 と同一の条件下で同一の熱サイクルを 5 回負荷したところ、いずれの温度においても給電用端子 16、16 が酸化してしまい、サセプタが破壊してしまった。

【0072】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のサセプタによれば、給電用端子を、窒化アルミニウム—タングステン複合焼結体からなる第 1 の給電用端子と、炭化珪素焼結体からなる第 2 の給電用端子とからなる 2 層構造とし、しかも、第 1 の給電用端子をサセプタ基体内に設けたので、第 1 の給電用端子は外部空間に露出するおそれがなく、給電用端子は内部電極と確実に、強固に接合されて通電確実性が極めて高いものとなり、高温酸化性雰

気下での耐久性も優れたものとなるので、給電用端子の周辺を冷却する必要がない。

【0073】また、本発明のサセプタの製造方法によれば、第 1 の給電用端子をサセプタ基体内に蔵された内部電極に確実に電気的に接続することができる。また、この第 1 の給電用端子に電気的に接続される第 2 の給電用端子は、炭化珪素焼結体により構成されているので、高温における耐酸化性が優れたものとなる。したがって、高温酸化性雰囲気気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れたサセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【0074】また、本発明の他のサセプタの製造方法によれば、載置板用グリーン体、支持板用グリーン体、内部電極形成用塗布材、窒化アルミニウム—タングステン複合材及び炭化珪素材を加圧下にて一括して熱処理するので、内部電極と、第 1 の給電用端子と、第 2 の給電用端子とを確実に電気的に接続することができる。また、第 2 の給電用端子は、炭化珪素焼結体により構成されているので、高温における耐酸化性が優れたものとなる。したがって、高温酸化性雰囲気気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れたサセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の第 1 の実施形態のサセプタを示す断面図である。

【図 2】 本発明の第 1 の実施形態のサセプタの製造方法を示す過程図である。

【図 3】 本発明の第 1 の実施形態のサセプタの製造方法の変形例を示す過程図である。

【図 4】 本発明の第 2 の実施形態のサセプタを示す断面図である。

【図 5】 従来のサセプタの一例を示す断面図である。

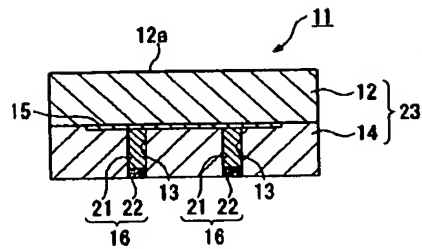
【符号の説明】

- 1 サセプタ
- 2 載置板
- 2 a 載置面
- 3 支持板
- 4 内部電極
- 5 固定孔
- 6 給電用端子
- 7 塗布材
- 11 サセプタ
- 12 載置板
- 12 a 載置面
- 13 固定孔 (貫通孔)
- 14 支持板
- 15 内部電極
- 16 給電用端子
- 21 上部給電用端子 (第 1 の給電用端子)
- 22 下部給電用端子 (第 2 の給電用端子)

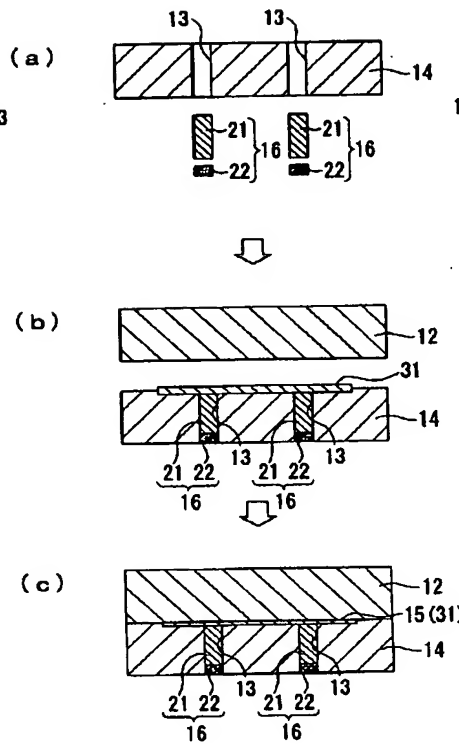
23 サセブタ基体
31 内部電極形成層
32 絶縁材層
33 絶縁層

41 サセブタ
42 取り出し電極
43 Siを含む接合剤層

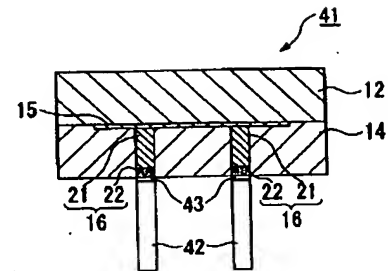
【図1】



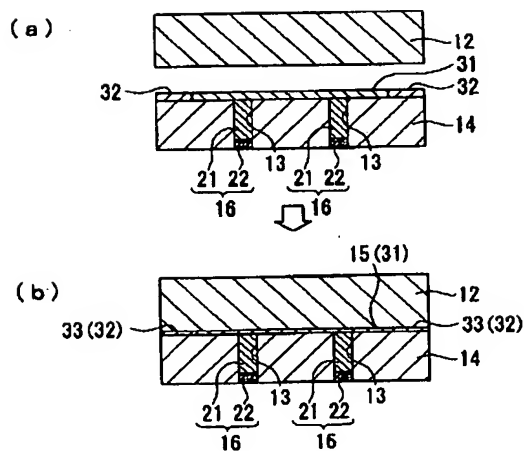
【図2】



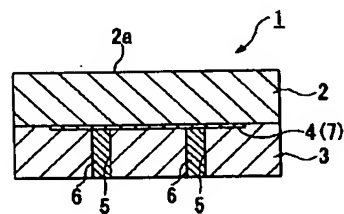
【図4】



【図3】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

C 2 3 C 16/458

H 0 1 L 21/02

21/205

21/3065

H 0 5 H 1/46

F I

C 2 3 C 16/458

H 0 1 L 21/02

21/205

H 0 5 H 1/46

H 0 1 L 21/302

テーマコード(参考)

5 F 0 4 5

Z

A

C

Fターム(参考) 4G026 BA14 BA16 BB03 BB16 BE04
 BF05 BF31 BF48 BG22 BH06
 4K029 JA01
 4K030 GA02 KA46
 5F004 AA16 BB13 BB14 BB22 BB29
 BC08
 5F031 CA02 CA04 CA05 HA02 HA03
 HA17 HA37 PA11
 5F045 EH04 EH08 EM05 EM09